

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦИКЛОГЕКСАН ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ЦИКЛОГЕКСАН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical cyclohexane. Specifications

ГОСТ
14198—78

ОКП 24 1641

Дата введения 01.07.79

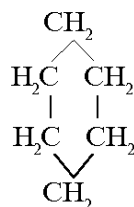
Настоящий стандарт распространяется на технический циклогексан, получаемый гидрированием бензола.

Циклогексан предназначен для использования в производстве изомеров для химических волокон и в качестве растворителя.

Формулы:

эмпирическая C_6H_{12} ,

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 84,16.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Циклогексан должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям циклогексан должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Наименование показателя	Норма	
	Высший сорт ОКП 24 1641 0120	1-й сорт ОКП 24 1641 0130
1. Внешний вид	Бесцветная прозрачная жидкость, не содержащая механических примесей	
2. Суммарная массовая доля примесей, определяемых хроматографически, %, не более	0,1	0,2
в том числе:		
бензола, %, не более	0,005	0,01
метилциклопентана, %, не более	0,0015	0,04
метилциклогексана, %, не более	0,02	0,1
<i>n</i> -гептана, %, не более	0,01	0,05
3. Массовая доля серы, %, не более	0,00015	Не нормируют

Пр и м е ч а н и е. Норму по показателю 3 таблицы определяют только в циклогексане, получаемом гидрированием бензола на сульфидных катализаторах.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Циклогексан принимают партиями. За партию принимают каждую цистерну, наполненную циклогексаном одного сорта, сопровождаемую документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование и сорт продукта;

номер партии и номер цистерны;

дату изготовления продукта;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;

обозначение настоящего стандарта;

классификационный шифр 3112 по ГОСТ 19433.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Объем выборки — по ГОСТ 5445.

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят анализ проб от удвоенной выборки той же партии. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы циклогексана отбирают по ГОСТ 5445.

Среднюю пробу циклогексана объемом 200 см³ помещают в чистую сухую склянку с притертой пробкой.

На склянку наклеивают этикетку с указанием наименования продукта, сорта, номера партии, даты отбора пробы, обозначения настоящего стандарта, надписей «Осторожно! Легковоспламеняющееся вещество», «Осторожно! Ядовитое вещество».

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Внешний вид продукта определяют по ГОСТ 2706.1.

3.3. Хроматографическое определение суммарной массовой доли примесей

3.3.1. *Реактивы и приборы*

Азот технический по ГОСТ 9293.

Водород технический по ГОСТ 3022.

Воздух сжатый для приборов.
Жидкая фаза — эфир полифениловый 5ф-4э.
Твердая фаза — хроматон N, сорт AW, зернами размером 0,20—0,25 мм.
Эфир этиловый или хлороформ по ГОСТ 20015.
Микрошприц вместимостью 10 мкл.
Хроматограф типа Цвет-100 или другого типа с той же чувствительностью, с детектором ионизации в пламени.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Меры массы общего назначения по ГОСТ 7328.
Термометр по ГОСТ 28498 любого типа с диапазоном измерения до 100 °С.
Линейка по ГОСТ 427 или ГОСТ 17435.
Лупа измерительная с 10-кратным увеличением.

Допускается применение аналогичных аппаратуры, реактивов и материалов, обеспечивающих требуемую точность измерения.

3.3.2. Подготовка к анализу

Количество твердого носителя (хроматона N), необходимое для наполнения колонки, взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака). Затем в фарфоровой чашке взвешивают полифениловый эфир из расчета 20 % от общей массы наполнителя и растворяют в этиловом эфире или хлороформе. Растворитель берут в таком объеме, чтобы весь носитель был покрыт раствором. Затем растворитель испаряют на водяной бане при 40—50 °С и при постоянном перемешивании.

Колонку перед заполнением насадкой промывают органическим растворителем и высушивают. Один конец колонки закрывают тампоном из стекловолокна и подключают к водоструйному насосу, к другому концу колонки подсоединяют воронку. Создают разрежение и через воронку засыпают наполнитель при равномерном постукивании по колонке. Колонку можно заполнять другим методом, обеспечивающим равномерность набивки.

Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, в течение 4—6 ч продувают азотом со скоростью 40—60 см³/мин при 120 °С. Затем охлаждают термостат до комнатной температуры и соединяют выход колонки с детектором.

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

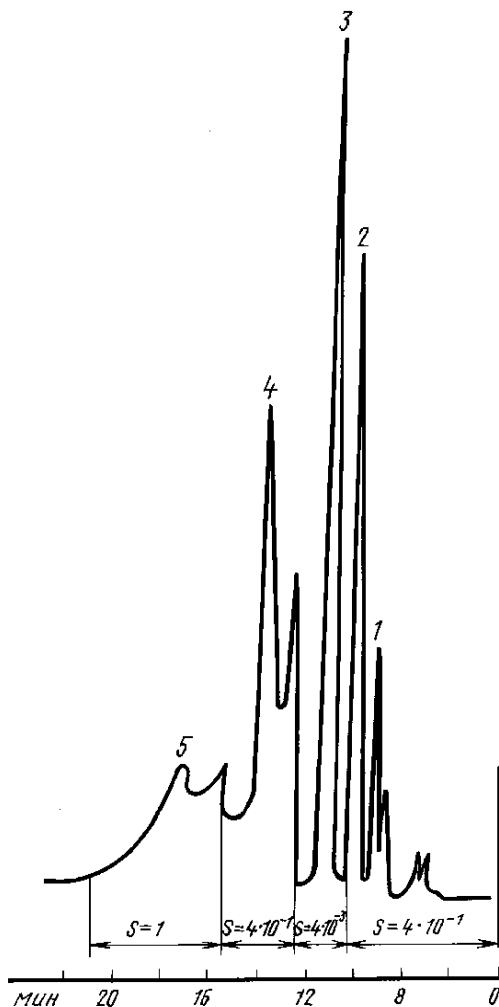
3.3.3. Проведение анализа

Режим работы хроматографа:

длина колонки, м	5
внутренний диаметр колонки, мм	3—4
температура колонки, °С	80
температура испарителя, °С	110
скорость водорода, дм ³ /ч	2,5
расход азота, дм ³ /ч	2,5
расход воздуха, дм ³ /ч	25
объем вводимой пробы, см ³	0,001
продолжительность анализа, мин	20

Порядок выхода компонентов указан на хроматограмме (см. чертеж).
Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим осуществляют в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.
Идентификацию компонентов производят по относительным временам удерживания, измеренным по отношению к времени удерживания циклогексана (табл. 2).

Хроматограмма



1 — метилциклопентан; 2 — *n*-гептан; 3 — циклогексан; 4 — метилциклогексан; 5 — бензол

Т а б л и ц а 2

Наименование компонента	Относительное время удерживания
Метилциклопентан	0,72
<i>n</i> -Гептан	0,84
Циклогексан	1,00
Метилциклогексан	1,39
Бензол	1,80

3.3.4. Обработка результатов

Массовую долю компонентов определяют методом «внутренней нормализации». Площади пиков вычисляют умножением высоты каждого пика на его ширину, измеренную на половине высоты. Высоту пика измеряют с погрешностью $\pm 0,5$ мм, а ширину — с погрешностью $\pm 0,1$ мм.

Массовую долю определяемой примеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S_i \cdot 100}{\sum S_i},$$

где S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²;

$\sum S_i$ — сумма площадей всех пиков, мм².

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10 % относительно вычисляемой величины.

Суммарную массовую долю примесей, определяемых хроматографически (X), в процентах вычисляют по формуле

$$X = \sum X_i.$$

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Массовую долю серы определяют по ГОСТ 13380.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Циклогексан транспортируют в специально выделенных железнодорожных цистернах в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на железнодорожном транспорте.

Люк цистерны должен быть герметично закрыт и опломбирован.

Циклогексан в соответствии с классификацией опасных грузов по ГОСТ 19433 относится к классу 3, подклассу 3.1, классификационный шифр — 3112, черт. 3, серийный номер ООН 1145.

4.2. Расчет объема заполнения цистерны должен производиться с учетом полного использования ее вместимости и объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

4.3. На каждую цистерну несмываемой краской наносят надписи и трафареты, утвержденные МПС в соответствии с правилами перевозок грузов по железным дорогам.

4.1—4.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. (Исключен, Изм. № 2).

4.5. Циклогексан хранят в емкостях на складах, предназначенных для хранения легковоспламеняющихся жидкостей. Емкости перед заполнением и после заполнения продувают азотом высшего или первого сорта по ГОСТ 9293 с избыточным давлением 3920 Па (400 мм вод. ст.).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие циклогексана требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения циклогексана — 6 месяцев со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Циклогексан — легковоспламеняющаяся жидкость. Пары циклогексана с воздухом образуют взрывоопасные смеси. Нижний и верхний концентрационные пределы распространения пламени (воспламенения) 1,2—10,6 % (по объему) по ГОСТ 12.1.044.

Температура вспышки минус 18 °С; температура самовоспламенения 260 °С. При горении циклогексана образуется диоксид углерода.

Средствами пожаротушения при загорании являются тонкораспыленная вода и химическая пена.

6.2. Циклогексан — токсичное вещество. Предельно допустимая концентрация циклогексана в воздухе рабочей зоны — 80 мг/м³ по ГОСТ 12.1.005. По степени воздействия на организм циклогексан относится к веществам 4-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007. При концентрациях, превышающих ПДК, циклогексан оказывает вредное действие на нервную систему. Циклогексан раздражает кожу. При частом соприкосновении рук с циклогексаном наблюдается сухость кожи, трещины, краснота, отечность.

Содержание циклогексана в воздухе определяют хроматографическим методом.

6.1, 6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6.3. При работе с циклогексаном необходимо пользоваться индивидуальными средствами защиты от попадания паров в организм и жидкого продукта на кожу: фильтрующий противогаз марки А или М, резиновые перчатки и защитные очки.

6.4. Все помещения, в которых проводятся работы с циклогексаном, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией, обеспечивающей содержание вредных веществ в концентрации не выше предельно допустимой, а оборудование герметизировано. В помещениях должны быть аптечки с медикаментами для оказания первой помощи пострадавшим и необходимое противопожарное оборудование и инвентарь.

6.5. Для обеспечения пожаровзрывобезопасности производства циклогексана должны соблюдаться требования электростатической искробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.018.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.6. При производстве циклогексана и работе с ним должны соблюдаться требования пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством по производству минеральных удобрений

РАЗРАБОТЧИКИ

В. В. Ермакова О. А. Добровольский, канд. техн. наук; А. М. Проскурнин, канд. техн. наук;
Т. Н. Глаголева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 08.06.78 № 1559

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14198—69

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.004—91	6.6	ГОСТ 7328—82	3.3.1
ГОСТ 12.1.005—88	6.2	ГОСТ 9293—74	3.3.1; 4.5
ГОСТ 12.1.007—76	6.2	ГОСТ 13380—81	3.4
ГОСТ 12.1.018—93	6.5	ГОСТ 17435—72	3.3.1
ГОСТ 12.1.044—89	6.1	ГОСТ 19433—88	2.1; 4.1
ГОСТ 427—75	3.3.1	ГОСТ 20015—88	3.3.1
ГОСТ 2706.1—74	3.2	ГОСТ 24104—88	3.3.1
ГОСТ 3022—80	3.3.1	ГОСТ 28498—90	3.3.1
ГОСТ 5445—79	2.2; 3.1		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1983 г., сентябре 1988 г. (ИУС 2—84, 1—89)

Редактор Л. И. Нахимова
Технический редактор Н. С. Гришанова
Корректор Е. Ю. Митрофанова
Компьютерная верстка Т. В. Александровой

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 29.03.99. Подписано в печать 06.05.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65.
Тираж 156 экз. С 2788. Зак. 903

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛИР № 040138